

Pembentukan $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ Melalui *Doping* Logam Ni dalam MgF_2

Faris Iradatullah dan Irminda K. Murwani
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111
E-mail: irmina@chem.its.ac.id

Abstrak—Pada penelitian ini dilakukan sintesis padatan MgF_2 dan $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ ($x = 0,025; 0,05; 0,1$ dan $0,15$) melalui metode sol-gel dan dikarakterisasi struktur padatan dengan difraksi sinar-X. Difraktogram MgF_2 hasil sintesis menunjukkan bahwa katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ memiliki struktur kristal yang sama dengan MgF_2 , yaitu Tetragonal. Difraktogram padatan $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ menunjukkan adanya pengaruh *doping* logam Ni terhadap MgF_2 yang ditandai dengan bergesernya 2θ pada puncak yang sama dengan MgF_2 .

Kata Kunci— MgF_2 , *Doping*, Difraksi sinar-X

I. PENDAHULUAN

SALAH satu katalis yang bersifat asam dan memiliki stabilitas termal yang baik [1]. Logam Ni juga merupakan salah satu loga yang memiliki keasaman yang tinggi [2]. Metode sol-gel merupakan metode yang tepat untuk sintesis katalis dan memiliki beberapa keunggulan yaitu lebih mudah dalam mengontrol ukuran pori, volume pori dan distribusi ukuran pori dari suatu katalis[3]. *Doping* merupakan salah satu proses sintesis yang dilakukan dengan cara mencampurkan secara langsung prekursor yang digunakan dengan perbandingan komposisi tertentu yang bertujuan untuk mengubah atau memperbaiki sifatnya. Melalui proses *doping*, dengan metode sol-gel, penyebaran sisi aktif logam dapat ditingkatkan. *Doping* logam Ni pada MgF_2 diharapkan dapat menghasilkan luas permukaan yang lebih besar. Variasi *doping* logam Ni pada MgF_2 dilakukan untuk mengetahui jumlah optimum *doping* logam sebagai padatan katalis.

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) bertujuan untuk menentukan struktur kristal atau kristalinitas dari suatu padatan. XRD menjadi teknik yang cukup handal dan mendasar untuk mengevaluasi sifat-sifat fasa kristal and ukuran kristal [4].

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Sintesis Padatan MgF_2 dan $Mg_{1-x}Ni_xF_2$

Katalis MgF_2 disintesis dengan metode sol gel. $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dilarutkan dalam etilen glikol kemudian ditambahkan larutan sesuai dengan kebutuhan dan diaduk hingga terlarut. Larutan tersebut kemudian diberi HF tetes demi tetes hingga terbentuk sol. Pengadukan terus dilakukan hingga terbentuk gel. Gel yang telah terbentuk kemudian diperam hingga stabil. Gel yang telah stabil kemudian dipisahkan dengan filtratnya. Gel yang telah terpisah kemudian dicuci dengan aquabides. Selanjutnya gel

dikeringkan dalam oven pada suhu $105^\circ C$ dan kalsinasi pada suhu $400^\circ C$.

Katalis $Mg_{1-x}Ni_xF_2$ ($x = 0.025; 0.05; 0.1$ dan 0.15) disintesis dengan metode yang sama untuk sintesis MgF_2 , namun pada saat pelarutan dalam etilen glikol tidak hanya prekursor $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ yang dilarutkan tetapi juga larutan Ni^{2+} sebagai sumber logam *dopant*.

B. Karakterisasi Struktur dengan X-Ray Diffraction

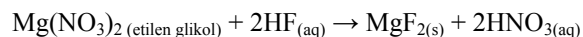
Padatan yang diperoleh kemudian dikarakterisasi struktur kristalnya dengan difraktometer sinar-X. Sebelum dikarakterisasi, serbuk katalis ditumbuk hingga halus. Sampel kemudian diletakkan pada sampel holder dan diratakan. Pengukuran dilakukan pada 2θ sebesar $20-80^\circ$ dengan inkremen 0.05° . Sumber sinar yang digunakan adalah radiasi sinar CuK_α dengan panjang gelombang $1,54 \text{ \AA}$. Difraktogram yang diperoleh kemudian dicocokkan dengan standar dari database JCPDS-International Center for Diffraction Data tahun 2001 dengan program PCPDFWIN.

III. HASIL DAN DISKUSI

A. Padatan MgF_2

Sintesis katalis MgF_2 dilakukan dengan metode sol-gel sesuai dengan penelitian Murwani, dkk. pada tahun 2004 [5]. Metode sol-gel dipilih karena dapat menghasilkan produk yang homogen dan berlangsung pada suhu rendah.

Pada sintesis ini, sumber kation Mg^{2+} diperoleh dari $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ sebagai prekursor, sedangkan anion F^- diperoleh dari HF. Selain itu, pada sintesis ini juga digunakan etilen glikol sebagai pelarutnya. Sintesis MgF_2 diawali dengan melarutkan padatan putih $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dalam etilen glikol. Larutan kemudian diaduk hingga homogen dengan bantuan magnetik stirer. Selanjutnya larutan ditambahkan HF. Setelah penambahan HF larutan berubah menjadi keruh yang menandakan terbentuknya sol dalam reaksi. Reaksi yang terjadi pada sintesis ini adalah sebagai berikut

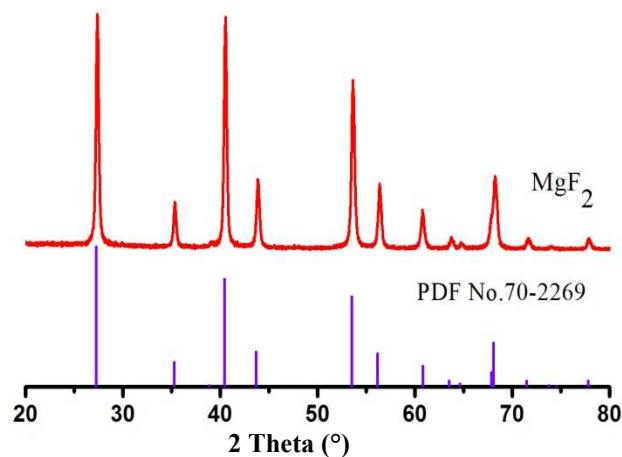


Proses pengadukan dilakukan terus menerus hingga terbentuk gel. Hal ini dapat diketahui dengan berkurangnya kekeruhan dan larutan berubah menjadi lebih kental. Gel yang terbentuk kemudian diperam (*aging*) hingga ikatan antar gel semakin kuat yang ditandai dengan terbentuknya dua fasa yaitu fasa gel dan fasa cair. Selain itu menurut Murzin dan

Salmi (2005) [6] pemeraman dapat berfungsi untuk membuat gel lebih stabil.

Setelah proses pemeraman, larutan akan terbentuk dua fasa yaitu fasa gel dan fasa cair. Fasa cair kemudian didekantasi dan fasa gel dicuci dengan aquades untuk menghilangkan sisa pelarut dan prekursor yang tidak bereaksi. Gel yang telah dicuci, dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 400°C.

Padatan putih yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi struktur kristalnya dengan XRD. Difraktogram yang diperoleh kemudian dicocokkan dengan database JCPDS-International Centre of Diffraction Data tahun 2001 dengan program PCPDFWIN dengan metode *search and match*, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1 Difraktogram MgF₂

Setelah dicocokkan, difraktogram memiliki kecocokan dengan data PDF No. 70-2269 dengan sistem kristal tetragonal. Hasil pencocokan menunjukkan munculnya tiga puncak ciri khas MgF₂ pada 2θ 27,34; 40,45 dan 53,58°. Selain itu, difraktogram tersebut juga dicocokkan dengan database dari Mg(NO₃)₂ sebagai prekursor. Hasil pencocokan menunjukkan bahwa tidak terdapat puncak yang sesuai dengan Mg(NO₃)₂ (PDF No. 19-0765). Difraktogram juga dicocokkan dengan MgO karena memungkinkan terdapat Mg yang bereaksi dengan udara. Hasil pencocokan juga tidak menunjukkan adanya puncak dari MgO sesuai dengan data PDF No. 87-0653.

B. Padatan Mg_{1-x}Ni_xF₂

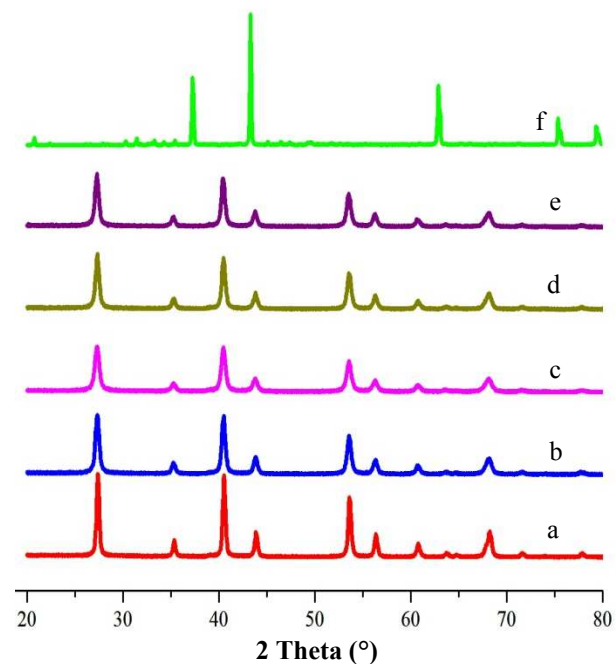
Menurut hasil penelitian dari Cai dkk (2010) [7] dan Murthy dkk (2005) [8] aktivitas dari suatu katalis dapat ditingkatkan menggunakan metode doping. Oleh karena itu, pada penelitian ini disintesis katalis Mg_{1-x}Ni_xF₂ dengan variasi mol Ni untuk doping adalah 0,025; 0,05; 0,1; 0,15.

Katalis Mg_{1-x}Ni_xF₂ disintesis dengan metode sol-gel seperti yang dilakukan oleh Murwani dkk. (2004). Prekursor Mg(NO₃)₂·6H₂O dan larutan stok Ni²⁺ sebagai sumber logam doping, dilarutkan dalam pelarut etilen glikol dan diperoleh larutan berwarna hijau. Semakin besar konsentrasi Ni yang ditambahkan intensitas warna hijau larutannya semakin pekat. Hal ini menunjukkan semakin banyaknya logam Ni yang terdoping. Selanjutnya ditambahkan larutan Hidrogen Fluorida

tetes demi tetes dengan pengadukan terus menerus. Setelah penambahan HF larutan berubah menjadi hijau keruh yang menandakan terbentuknya sol dalam reaksi. Reaksi yang terjadi pada penelitian ini ditulis dalam persamaan.



Proses pengadukan dilakukan terus menerus hingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian diperam. Setelah proses pemeraman, gel yang terbentuk kemudian dikeringkan lalu dikalsinasi dan didapatkan padatan putih. Padatan yang didapat selanjutnya dikarakterisasi struktur kristalnya dengan XRD. Difraktogram yang diperoleh selanjutnya dicocokkan dengan database MgF₂ seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.4. Setelah dicocokkan, diperoleh puncak-puncak yang sesuai dengan puncak khas MgF₂. Selain itu, difraktogram juga dicocokkan dengan database NiO. Hasil yang didapat tidak ditemukan puncak-puncak khas dari NiO. Hal ini menunjukkan bahwa logam Ni yang terdoping masih dalam kapasitas MgF₂.



Gambar 2 Difraktogram Katalis: (a) MgF₂, (b) Mg_{0.975}Ni_{0.025}F₂, (c) Mg_{0.95}Ni_{0.05}F₂, (d) Ca_{0.90}Ni_{0.10}F₂, (e) Mg_{0.85}Ni_{0.15}F₂ dan (g) NiO

Pada difraktogram juga dapat diamati pengaruh logam doping terhadap pergeseran 2θ yang muncul pada puncak khas dari MgF₂. Hal ini menunjukkan bahwa logam Ni telah terdoping dalam MgF₂. Hasil ini sesuai dengan penelitian Zhi pada tahun 2011 [9], bahwa logam doping dapat mempengaruhi pergeseran 2θ. Pergeseran 2θ dari padatan Mg_{1-x}Ni_xF₂ ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1 Pergeseran 2θ padatan $\text{Mg}_{1-x}\text{Ni}_x\text{F}_2$ pada pola difraksi sinar-X

	Nilai x pada Katalis $\text{Mg}_{1-x}\text{Ni}_x\text{F}_2$				
	MgF_2	0,025	0,05	0,10	0,15
2θ ($^\circ$)	27,385	27,389	27,301	27,313	27,203
2θ ($^\circ$)	40,557	40,421	40,464	40,477	40,386
2θ ($^\circ$)	53,603	53,558	53,598	53,483	53,587

IV. KESIMPULAN

Padatan $\text{Mg}_{1-x}\text{Ni}_x\text{F}_2$ ($x = 0; 0.025; 0.05; 0.1$ dan 0.15) telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel. Data difraktogram menunjukkan bahwa padatan MgF_2 hasil sintesis sesuai dengan No. 70-2269 dengan sistem tetragonal. Difraktogram padatan $\text{Mg}_{1-x}\text{Ni}_x\text{F}_2$ ($x = 0.025; 0.05; 0.1$ dan 0.15) memiliki puncak yang samadengan MgF_2 . Pengaruh *doping* logam Ni dapat dilihat dari terjadinya pergeseran 2θ pada puncak-puncak MgF_2 .

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih yang sebesar-besarnya disampaikan kepada tim penelitian katalis, Laboratorium Kimia Material dan Energi dan Jurusan Kimia FMIPA ITS, serta semua pihak yang turut membantu.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Wojciechowska M., Czajka B., Pietrowski M. dan Zieliński M. (2000) MgF_2 as a non-conventional catalytic support. Surface and structure characterization. *Catalysis Letter* **66**, 147–153.
- [2] Wathoni A. Z. dan Murwani I.K. (2012) Sintesis, Aktivitas dan Selektivitas Katalis NiO , CaF_2 dan NiO/CaF_2 pada Reaksi Pembentukan Vitamin E. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, C14-C16.
- [3] C. Perego dan P. Villa, “Catalyst preparation methods,” *Catalysis Today*, vol. 34, no. 3–4, pp. 281–305, Feb. 1997.
- [4] McNaught A. D. and Wilkinson A. (1997) *IUPAC: Compendium of Chemical Terminology (the “Gold Book”)*. Second ed., Blackwell Scientific Publications, Oxford.
- [5] Murwani I. K., Kemnitz E., Skapin T., Nickkho-Amiry M. dan Winfield J. M. (2004) Mechanistic Investigation of the Hydrodechlorination of 1,1,1,2-tetrafluorodichloroethane on Metal Fluoride-Supported Pt and Pd. *Catalysis Today* **88**, 153–168.
- [6] Murzin D. and Salmi T. (2005) *Catalytic Kinetic*. Elsevier, Netherland.
- [7] Cai Z., Li J., Liew K. dan Hu J. (2010). “Effect of La_2O_3 -doping on the Al_2O_3 Supported Cobalt Catalyst for Fischer-Tropsch Synthesis”. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. **330**, 10–17.
- [8] Murthy J., Gross U., Rüdiger S., Ünveren E., Unger W. Dan Kemnitz E. (2005) Synthesis and characterization of chromium(III)-doped magnesium fluoride catalysts. *Applied Catalysis A: General* **282**, 85–91
- [9] Zhi G., Song J., Mei B. and Zhou W. (2011) Synthesis and characterization of Er^{3+} doped CaF_2 nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds* **509**, 9133–9137.